# This Page Is Inserted by IFW Operations and is not a part of the Official Record

## BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

### IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents will not correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.

#### KNI-145-A

#### IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicant:

H. Endo et al.

Serial Number:

Unknown

Filed:

Concurrently Herewith

Group Art Unit:

Unknown

Examiner:

Unknown

Title:

Method For Forming Coating Film On A

Plate-Like Workpiece

#### TRANSMITTAL OF PRIORITY DOCUMENT

Box Patent Application Assistant Commissioner For Patents Washington, D.C. 20231

Sir:

In connection with the above-identified application, applicant encloses for filing a certified copy of: Japanese Patent Application No. 2000-018261, filed 27 January 2000, to support applicant's claim for Convention priority under 35 USC §119.

Respectfully submitted,

Customer Number 21828 Carrier, Blackman & Associates, P.C. 24101 Novi Road, Suite 100 Novi, Michigan 48375 23 January 2001

William D. Blackman Attorney for Applicant Registration No. 32,397 (248) 344-4422

I hereby certify that this correspondence is being deposited with the U.S. Postal Service as Express Mail Certificate EL699973227US in an envelope addressed to Box Patent Application, Assistant Commissioner For Patents, Washington, D.C. 20231 on 23 January 2001.

Dated: 23 January 2001

JPC/dp enclosure Daniella Betterson

### 日本国特許庁

PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT



別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 Date of Application:

2000年 1月27日

出 願 番 号 Application Number:

特願2000-018261

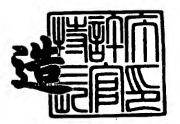
出 願 人 Applicant (s):

東京応化工業株式会社

2000年12月22日

特 許 庁 長 官 Commissioner, Patent Office





#### 特2000-018261

【書類名】

特許願

【整理番号】

TOK9905

【提出日】

平成12年 1月27日

【あて先】

特許庁長官 殿

【国際特許分類】

H01L 21/31

【発明者】

【住所又は居所】

神奈川県川崎市中原区中丸子150番地 東京応化工業

株式会社内

【氏名】

遠藤 弘樹

【発明者】

【住所又は居所】

神奈川県川崎市中原区中丸子150番地 東京応化工業

株式会社内

【氏名】

青木 泰一郎

【発明者】

【住所又は居所】

神奈川県川崎市中原区中丸子150番地 東京応化工業

株式会社内

【氏名】

中村一彰彦

【特許出願人】

【識別番号】

000220239

【氏名又は名称】

東京応化工業株式会社

【代理人】

【識別番号】

100085257

【弁理士】

【氏名又は名称】

小山 有

【手数料の表示】

【予納台帳番号】

038807

【納付金額】

21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】

明細書 1

#### 特2000-018261

【物件名】

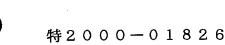
図面 1

【物件名】

要約書 1

【包括委任状番号】 9002866

【プルーフの要否】 要



明細書 【書類名】

【発明の名称】 被膜形成方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 半導体ウェーハやガラス基板等の板状被処理物の表面に低誘 電率材料を塗布し、前記板状被処理物の表面温度が200℃まで上昇する前に雰 囲気中の酸素濃度を1%以下に低減し、この後、酸素濃度を1%以下に維持した まま板状被処理物の表面温度が400℃以上になるまで加熱し、次いで前記板状 被処理物の表面温度が200℃に降温するまで雰囲気中の酸素濃度を1%以下に 維持することを特徴とする被膜形成方法。

【請求項2】 請求項1に記載の被膜形成方法において、 $N_2$ ガスをパージ することで雰囲気中の酸素濃度を1%以下にすることを特徴とする被膜形成方法

【請求項3】 請求項1に記載の被膜形成方法において、この被膜形成方法 は、1つのベーク炉内で行われ、このベーク炉内の上部にはホットプレート、下 部にはクールプレートが配置され、昇降手段にて板状被処理物が選択的に前記ホ ットプレート及びクールプレートの何れか一方に近接せしめられることを特徴と する被膜形成方法。

【請求項4】 請求項1乃至請求項3の何れか1項に記載の被膜形成方法に おいて、この被膜形成方法は、ダマシン法での層間絶縁膜の形成に適用されるこ とを特徴とする被膜形成方法。

【発明の詳細な説明】

[0001]

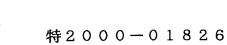
【発明の属する技術分野】

本発明は半導体ウェーハやガラス基板等の表面に被膜を形成する方法に関する。

[0002]

【従来の技術】

半導体デバイスの高集積化についての要求は益々高まっており、ゲート長が〇 15μm世代に突入しつつある。この場合の配線材料として、従来のAIに代



り、Cuを用いた方が次のような点で半導体素子特性の向上が図れることが分か っている。即ち、CuはAlに比べEM(エレクトロマイグレーション)耐性に優 、れ、低抵抗のため配線抵抗による信号遅延を低減でき、髙電流密度の使用が可能 、即ち、許容電流密度を3倍以上も緩和でき、配線幅を微細化できる。

[0003]

しかしながら、CuはAlに比べエッチングレートのコントロールが難しいこと から、CuをエッチングしないでCuの多層配線を実現する方法として銅ダマシン (象眼) 法が注目されている。

[0004]

図1に基づいて銅ダマシン法を説明する。

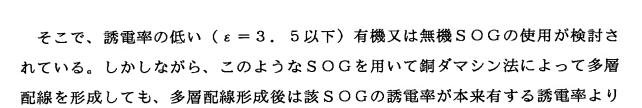
先ず、図1(a)に示すように、基板上にCVD法により形成されるSiO<sub>9</sub>や SOGなどからなる層間絶縁膜を形成し、この上にパターン化したレジストマス クを設け、選択的エッチング、レジストマスクの除去にて同図(b)に示すよう に、配線溝を形成し、次いで同図(c)に示すように、バリヤメタルを堆積せし め、同図(d)に示すように、配線溝へCuを電解めっきなどによって埋め込ん で下層配線を形成し、CMP(化学研磨)によるバリヤメタルとCuの研磨を行 った後、同図(e)に示すように、この上に再び層間絶縁膜を形成する。以下同 様にして、パターン形成したレジストマスクを介して層間絶縁膜を選択的にエッ チングして、同図(f)に示すように、この層間絶縁膜にビアホール(コンタク トホール)とトレンチホール(上層配線用の溝)を形成(デユアルダマシン)し 、同図(g)に示すように、これらビアホールと上層配線用の溝壁にバリヤメタ ルを堆積せしめ、同図(h)に示すように、ビアホールと上層配線用の溝に電解 めっきなどによってCuを埋め込んで上層配線を形成するようにしている。

[0005]

上記したように、銅ダマシン法によって多層配線を形成する場合、ビアホール のアスペクト比(高さ/幅)を高めることが微細化において必須の要件となり、 この微細化には層間絶縁膜の低誘電率化が条件となる。

[0006]

【発明が解決しようとする課題】



[0007]

も髙くなってしまう。

#### 【課題を解決するための手段】

上記の原因について、有機SOGの場合には、Si-СH<sub>3</sub>結合(СH<sub>3</sub>は一例)が切れてSi-OHとなっており、無機SOGの場合には、Si-H結合が切れてSi-OHとなっており、この層間絶縁膜の構造変化に起因して、誘電率が高くなっていることを本発明者等は知見した。

#### [0008]

更に、本発明者等は実験を繰り返し、ベーク時の酸素濃度が1%以下であれば 膜減りが殆んど生じないこと、また、Si-CH<sub>3</sub>結合やSi-H結合が切れてSi-OHとなるのは、反応性が高くなる200℃以上であることについても知見した。

#### [0009]

本発明は上記の知見に基づいてなしたものであり、その構成は、半導体ウェーハやガラス基板等の板状被処理物の表面に低誘電率材料を塗布し、前記板状被処理物の表面温度が200℃まで上昇する前に雰囲気中の酸素濃度を1%以下に低減し、この後、酸素濃度を1%以下に維持したまま板状被処理物の表面温度が400℃以上になるまで加熱し、次いで前記板状被処理物の表面温度が200℃に降温するまで雰囲気中の酸素濃度を1%以下に維持するようにした。

#### [0010]

上記雰囲気中の酸素濃度を1%以下にする手段としては、 $N_2$ ガスをパージすることが考えられる。

#### [0011]

また、本発明に係る被膜形成方法は、上部にはホットプレート、下部にはクールプレートが配置され、昇降手段にて板状被処理物が選択的に前記ホットプレート及びクールプレートの何れか一方に近接せしめられることを可能とした1つの

ベーク炉内で行うことが好ましい。

このように、1つのベーク炉内で行うことで処理ユニットの小型化が図れるが 、加熱室と冷却室に分け、これらをロードロックでつないだ装置を用いてもよい

#### [0012]

尚、本発明は、ダマシン法での層間絶縁膜の形成に好適するが、これに限定されるものではない。

#### [0013]

#### 【発明の実施の形態】

以下に本発明の実施の形態を添付図面に基づいて説明する。図2は本発明を実施する装置の概略構成図であり、この装置内には上部にホットプレート(ベークプレート)1、下部にクールプレート2、このクールプレート2を貫通して板状被処理物Wを昇降動せしめる昇降手段3が設けられている。ここで、板状被処理物Wとしては、半導体基板、ガラス基板、金属板、セラミック基板などが挙げられる。

#### [0014]

尚、この装置には図示はしていないが、板状被処理物Wを出し入れするための開閉自在な窓部が設けられ、また、装置内にN<sub>2</sub>ガス等の雰囲気ガスを供給するガス供給管及び装置内の雰囲気ガスを排出するガス排出管が接続されている。

#### [0015]

以上の装置を用いて板状被処理物Wの表面に被膜を形成するには、表面に未焼成の低誘電率材料の塗膜が形成された板状被処理物Wを装置内に搬入する。ここで、低誘電率材料の塗膜の形成方法としては、スピンナー法、ロールコーター法、浸漬引き上げ法、スプレー法、スクリーン印刷法、刷毛塗り法などで板状被処理物W上に塗布液を塗布し、溶媒を飛散させるために乾燥させ塗膜を形成する。

#### [0016]

層間絶縁膜としては、誘電率3.5以下であることが好ましい。このような膜が形成される塗布液として有機SOG及び無機SOGが挙げられる。その有機SOGとしては、例えば炭素含有量が5~25原子量%の有機SOGが適当で、好

ましい炭素含有量としては8~20原子量%ある。

ここで、炭素含有量とは有機SOG中の有機基の割合を示す尺度であり、詳しくは、有機SOG形成用塗布液を調製するアルコキシシラン化合物の反応量から理論的に算出されるものであり、総元素の原子量合計に対する炭素原子量の割合である。

炭素含有量が上記の範囲より小さいと有機成分が少なすぎ厚膜化できないし、 また、クラックも生じやすくなる上、低誘電率という有機SOG本来の長所を失 う。また、多すぎるとバリヤメタル層との密着性不足が起こり好ましくない。

#### [0017]

上記炭素含有量を有する被膜を得るには、以下の式(I)で表されるアルコキシシラン化合物から選ばれる少なくとも1種を含むアルコキシシラン化合物を有機溶剤中、酸触媒下で加水分解し、縮合反応して得られる化合物を含んでなる塗布液が好ましい。

一般式  $RnSi(OR^1)_{4-n}$ ・・・・・・・・・・・・(I) (ただし、一般式(I) におけるRは炭素数 $1\sim 4$ のアルキル基、アリール基であり、 $R^1$ は炭素数が $1\sim 4$ のアルキル基であり、nは $1\sim 2$ の整数である。)

#### [0018]

上記一般式(I)で表される化合物の具体例としては、

- (イ) n=1の場合、モノメチルトリメトキシシラン、モノメチルトリエトキシシラン、モノメチルトリプロポキシシラン、モノエチルトリメトキシシラン、モノエチルトリエトキシシラン、モノプロピルトリトリメトキシシラン、モノプロピルトリアルコキシシラン、モノフェニルトリエトキシシランなどのモノアルキルトリアルコキシシラン、モノフェニルトリエトキシシランなどのモノフェニルトリアルコキシシランなどのモノフェニルトリアルコキシシラン
- (口) n=2 の場合、ジメチルジメトキシシラン、ジメチルジエトキシシラン、ジメチルジプロポキシシラン、ジエチルジメトキシシラン、ジエチルジエトキシシラン、ジエチルジプロポキシシラン、ジプロピルジジメトキシシラン、ジプロピルジエトキシシラン、ジプロピルジプロポキシシランなどのジアルキルジアルコキシシラン、ジフェニルジエトキシシランなど

のジフェニルジアルコキシシラン

が挙げられる。これらの(イ)及び(ロ)を少なくとも1種使用することが必要である。

[0019]

所望によりこれら(イ)、(ロ)と共縮合させることのできる他の成分として、上記一般式(I)で表わされる化合物のn=0の場合、すなわち、(ハ)テトラメトキシシラン、テトラエトキシシラン、テトラプロポキシシラン、テトラブトキシシランなどのテトラアルコキシシラン、等を用いることも有効である。

これらの中で実用上好ましい化合物は、テトラメトキシシラン、テトラエトキシシラン、モノメチルトリメトキシシラン、モノメチルトリエトキシシラン、ジメチルジストキシシランである。

[0020]

これらのアルコキシシラン化合物は、1種用いてもよいし、2種以上用いても よい。

具体的には、(イ)と(ハ)の2種を組み合わせた場合、若しくは(イ)と(ロ)と(ハ)の3種を組み合わせた場合、(イ)単独の場合が好適である。

その際の反応モル比は、(イ)と(ハ)の2種を組み合わせる場合、(ハ)テトラアルコキシシラン1モルに対し(イ)モノアルキルトリアルコキシシラン2~6モル、好ましくは2~4モルを有機溶媒中、酸触媒下で反応させて得られる加水分解共縮合物を含んでなる塗布液が下地層との密着性に優れ好ましい。

[0021]

また、(イ)と(ロ)と(ハ)の3種を組み合わせる場合、(ロ)ジアルキルジアルコキシシラン1モルに対し(ハ)テトラアルコキシシラン0.5~4モル、好ましくは1.0~3.0モル及び(イ)モノアルキルトリアルコキシシラン0.5~4モル、好ましくは0.5~3.0モルを有機溶媒中、酸触媒下で反応させて得られる加水分解共縮合物を含んでなる塗布液が下地層との密着性に優れ好ましい。

[0022]

また(イ)モノアルキルトリアルコキシシラン単独の場合は、ラダー型の加水

分解縮合物が得られやすく、このラダー型は有機又は無機SOGの中で最も低誘電率の膜を形成するため好ましい。

加水分解物は完全加水分解物であってもよいし、部分加水分解物であってもよい。加水分解度は水の添加量により調整することができ、目的とする有機SOG被膜の特性により、適宜、水の添加量を調整すればよいが、一般には前記一般式で表されるアルコキシシラン化合物の合計量1モルに対し1.0~10.0倍モル、好ましくは1.5~8.0倍モルの割合で反応させることが望ましい。この範囲より少なすぎると加水分解度が低くなり、被膜形成が困難であるので好ましくない。また、多すぎるとゲル化を起こしやすく保存安定性が悪くなるので好ましくない。

#### [0023]

また、酸触媒としては、従来慣用的に使用されている有機酸、無機酸いずれも 使用できる。有機酸としては、酢酸、プロピオン酸、酪酸等の有機カルボン酸が 挙げられる。無機酸としては、塩酸、硝酸、硫酸、燐酸等の無機酸が挙げられる

#### [0024]

この場合、酸触媒を塗布液中の酸の濃度が、 $1\sim1$ , 000 p p m、好ましくは、 $5\sim500$  p p mの範囲になるように酸触媒を加えるか、又は酸と水を混合し酸水溶液として加えて、加水分解させる。

加水分解反応は、通常 5~100時間程度で完了する。また、室温から80℃を超えない加熱温度で、アルコキシシラン化合物を含む有機溶剤に酸触媒水溶液を滴下して反応させることにより、短い反応時間で反応を完了させることもできる。このようにして加水分解したアルコキシシラン化合物は、縮合反応を生起し、その結果、被膜形成能を有することになる。

#### [0025]

有機溶剤としては、従来慣用的に使用されている有機溶剤が使用できる。そのようなものとしては、メチルアルコール、エチルアルコール、プロピルアルコール、ブチルアルコールのような一価アルコール、エチレングリコール、ジエチレングリコール、プロピレングリコールのような多価アルコール、エチレングリコ

ールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノプロピルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、プロピレングリコールモノエチルエーテル、プロピレングリコールモノエチルエーテル、プロピレングリコールモノブリコールモノブロピルエーテル、プロピレングリコールモノブリコールモノブリコールモノメチルエーテルアセテート、エチレングリコールモノエチルエーテルアセテート、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート、プロピレングリコールモノエチルエーテルアセテートのような多価アルコール誘導体、酢酸、プロピオン酸のような脂肪酸などを挙げることができる。これらの有機溶剤は、単独で用いてもよいし2種以上組み合わせて用いてもよい。その使用量については、アルコキシシランの1モルに対し、10~3

[0026]

0 モル倍量の割合で用いられる。

一方、無機SOGとしては、トリアルコキシシランの酸加水分解縮合生成物を含有するアルキレングリコールジアルキルエーテルを溶媒とする溶液からなり、溶媒除去後の被膜形成成分が熱重量測定に際し、重量増加を示すものが低誘電率、耐クラック性に優れ好ましい。

[0027]

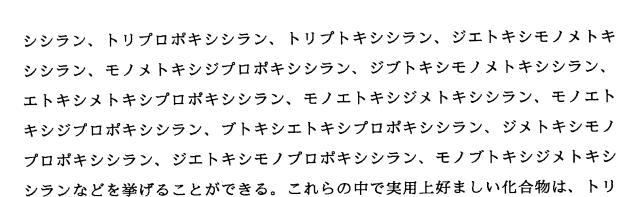
上記無機SOGは、特開平9-137,121号公報記載のトリアルコキシシランをSiO2換算で $1\sim5$ 重量%の濃度でアルキレングリコールジアルキルエーテル中に溶解し、この溶液にトリアルコキシシラン1モル当り2.5 $\sim$ 3.0モルの水を加え、酸触媒の存在下で加水分解縮合した後、反応混合物中の反応により生成したアルコール含有量を15重量%以下に調整することにより得られる。

[0028]

上記において、トリアルコキシシランの濃度をSiO<sub>2</sub>換算で1~5重量%としたのは、ラダー構造の層間絶縁膜が得られることによる。有機であるか無機であるかに拘らず、ラダー構造とすることで、前記したように緻密な膜が形成され誘電率は低いので好ましい。

[0029]

上記トリアルコキシシランとしては、例えばトリメトキシシラン、トリエトキ



メトキシシラン、トリエトキシシラン、トリプロポキシシラン、トリブトキシシ

ランであり、中でも特にトリメトキシシラン、トリエトキシシランが好ましい。

[0030]

次に溶媒としては、保存安定性を高めるためにアルキレングリコールジアルキルエーテルを用いることが必要である。このものを用いることにより、低級アルコールを溶媒として用いた従来方法におけるトリアルコキシンランのH-Si基の分解反応や中間に生成するシラノールの水酸基がアルコキシ基に置換する反応を抑制することができ、ゲル化を防止することができる。

[0031]

このアルキレングリコールジアルキルエーテルとしては、例えばエチレングリコールジメチルエーテル、エチレングリコールジエチルエーテル、エチレングリコールジプロピルエーテル、エチレングリコールジプチルエーテル、ジエチレングリコールジプロピルエーテル、ジエチレングリコールジプロピルエーテル、ジエチレングリコールジプロピルエーテル、ジエチレングリコールジプロピルエーテル、プロピレングリコールジプロピルエーテル、プロピレングリコールジプロピルエーテル、プロピレングリコールジブチルエーテル、プロピレングリコールジブチルエーテルなどのアルキレングリコールのジアルキルエーテル類を挙げることができる。これらの中で好ましいのはエチレングリコール又はプロピレングリコールのジアルキルエーテル特にジメチルエーテルである。これらの有機溶媒は、単独で用いてもよいし2種以上組み合わせて用いてもよい。その使用量については、アルコキシシランの1モルに対し、10~30モル倍量の割合で用いられる。

[0032]

トリアルコキシシランの加水分解を行うための水は、トリアルコキシシラン1

モルに対し2.5~3.0モル、好ましくは2.8~3.0モルの範囲内の量で用いることが加水分解度を高めるために、必要である。この範囲より少なすぎると保存安定性は高くなるものの、加水分解度が低くなり加水分解物中の有機基の含有量が多くなり、被膜形成時にガスの発生が起こるし、また、多すぎると保存安定性が悪くなる。

[0033]

溶媒にアルコールを用いずアルキレングリコールジアルキルエーテルの中から選ばれる少なくとも1種を用いたとしてもアルコキシシランの加水分解においてはアルコキシ基に相当するアルコールが必ず生成してくるので、反応系からこの生成してくるアルコールを除去しなければならない。具体的には、アルコールを塗布液中15重量%以下、好ましくは8重量%以下まで除去しておくことが必要である。アルコール分が15重量%を超えて残存していると、H-Si基と生成したアルコールが反応し、RO-Si基が生成し、クラック限界が低下するし、被膜形成時にガスが発生し、前記したトラブルの原因となる。

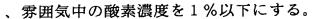
[0034]

アルコールの除去方法としては、真空度30~300mmHg、好ましくは、50~200mmHg、温度20~50℃で2~6時間減圧蒸留する方法が好適である。このようにして得られた塗布液は、溶媒除去後の被膜形成成分が熱重量測定(TG)に際し、重量増加を示すこと、及び赤外吸収スペクトルにおいて3000cm<sup>-1</sup>にピークを有しないという点で特徴づけられる。従来の塗布液例えば特開平4-216827号公報記載の塗布液の場合は熱重量測定に際し、重量減少を示すし、赤外吸収スペクトルにおいて、3000cm<sup>-1</sup>付近にピークを有し、残存アルコキシ基が存在していることを示している。

層間絶縁膜として、有機又は無機SOGについて詳述したが、本発明において 使用できる層間絶縁膜としてはこれらに限定されるものではない。

[0035]

以上に説明した塗膜が表面に形成された板状被処理物Wを装置内に搬入したならば、昇降手段3を下げて板状被処理物Wをクールプレート2に近接せしめ、更に $N_2$ ガスを装置内に導入し、板状被処理物Wの表面温度が200 $\mathbb C$ になる前に



[0036]

この後、酸素濃度を1%以下に維持したまま、昇降手段3を下げて板状被処理物Wをホットプレート1に近接せしめ、板状被処理物Wの表面温度が400℃以上になるまで加熱する。そして、この状態を所定時間継続した後、温度を降下せしめる。このとき、板状被処理物Wの表面温度が200℃に降温するまで雰囲気中の酸素濃度を1%以下に維持する。

[0037]

尚、図示例にあってはホットプレート1を上方に、クールプレート2を下方に 配置したが、逆に配置してもよい。

[0038]

#### 【発明の効果】

以上に説明したように本発明によれば、半導体ウェーハやガラス基板等の板状 被処理物の表面に低誘電率材料を塗布し、これをベークして被膜を形成するにあたり、板状被処理物の表面温度が200  $\mathbb C$  以上の状態では雰囲気中の酸素濃度を 1 %以下に低減したので、塗膜中の $\mathbf S$   $\mathbf i$   $\mathbf C$   $\mathbf H$   $\mathbf 3$  結合や  $\mathbf S$   $\mathbf i$   $\mathbf C$   $\mathbf H$   $\mathbf i$   $\mathbf i$ 

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】

(a)~(h)は、銅ダマシン法による多層配線構造の形成工程を説明した図

【図2】

本発明の実施に用いる装置の概略構成図

【符号の説明】

1…ホットプレート、2…クールプレート、3…昇降手段、W…板状被処理物

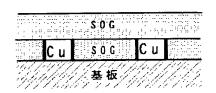


【書類名】

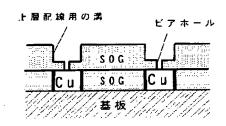
図面

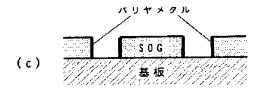
【図1】

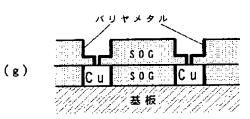












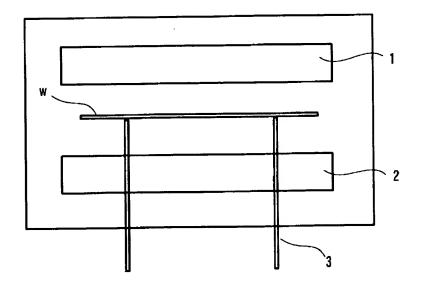




1



【図2】



【書類名】

要約書

【要約】

【課題】 SOGをベークして層間絶縁膜を形成する際に、誘電率を低く維持する。

【解決手段】 塗膜が表面に形成された板状被処理物Wを装置内に搬入したならば、昇降手段3を下げて板状被処理物Wをクールプレート2に近接せしめ、更にN<sub>2</sub>ガスを装置内に導入し、板状被処理物Wの表面温度が200℃になる前に、雰囲気中の酸素濃度を1%以下にする。この後、酸素濃度を1%以下に維持したまま、昇降手段3を下げて板状被処理物Wをホットプレート1に近接せしめ、板状被処理物Wの表面温度が400℃以上になるまで加熱する。そして、この状態を所定時間継続した後、温度を降下せしめる。このとき、板状被処理物Wの表面温度が200℃に降温するまで雰囲気中の酸素濃度を1%以下に維持する。

【選択図】

図 1



#### 出願人履歴情報

識別番号

[000220239]

1. 変更年月日

1990年 8月30日

[変更理由]

新規登録

住 所

神奈川県川崎市中原区中丸子150番地

氏 名

東京応化工業株式会社